

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2000-020949

(43)Date of publication of application : 21.01.2000

(51)Int.Cl.

G11B 5/84
H01J 37/28

(21)Application number : 10-201299

(71)Applicant : FUJI ELECTRIC CO LTD

(22)Date of filing : 01.07.1998

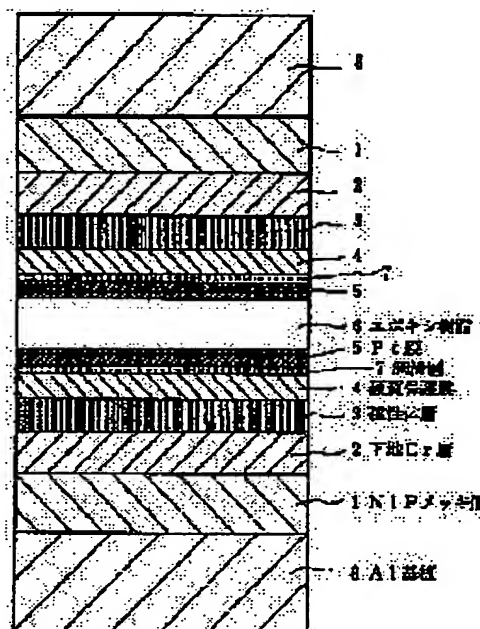
(72)Inventor : KUBOKI YOSHIYUKI
UEDA ATSUSHI
INOUE CHIZURU

(54) METHOD FOR EVALUATING MAGNETIC RECORDING MEDIUM

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To discriminate a hard protective film on a magnetic material layer and to evaluate the film thickness and coating state by forming a crystalline coating on the protective film of a sliced sample for observation, forming the sample into a thin film and observing it with a transmission electron microscope.

SOLUTION: Chips of a sample with an NiP plating layer 1, a nonmagnetic metallic underlayer 2, a Co-based magnetic material layer 3, a carbon type hard protective film 4, a lubricating layer 7 and a Pt film 5 laminated on an Al or glass substrate 8 are placed facing opposite to each other with the Pt films 5 inward and an epoxy resin is held between the chips. Since the hard protective film 4 and the lubricating layer 7 are different from the Pt film 5 in structure, difference in diffraction contract due to the occurrence of Bragg reflections of electron beams is produced, and the thickness measurement of the hard protective film 4 and the lubricative layer 7 and the evaluation of the coating state are made possible. Through either the crystalline coating is formed through sputtering or vacuum deposition, discrimination by the difference in diffraction contract is enabled.



LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's]

BEST AVAILABLE COPY

decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号
特開2000-20949
(P2000-20949A)

(43) 公開日 平成12年1月21日 (2000.1.21)

(51) IntCl ⁷	識別記号	F I	テラード (参考)
G 1 1 B 5/84		G 1 1 B 5/84	C 5 C 0 3 3
H 0 1 J 37/28		H 0 1 J 37/28	C 5 D 1 1 2

審査請求 未請求 請求項の数 7 F D (全 8 頁)

(21) 出願番号 特願平10-201299

(22) 出願日 平成10年7月1日 (1998.7.1)

(71) 出願人 000005234

富士電機株式会社

神奈川県川崎市川崎区田辺新田1番1号

(72) 発明者 久保木 孔之

神奈川県川崎市川崎区田辺新田1番1号

富士電機株式会社内

(72) 発明者 植田 厚

神奈川県川崎市川崎区田辺新田1番1号

富士電機株式会社内

(74) 代理人 100088339

弁理士 篠部 正治

最終頁に続く

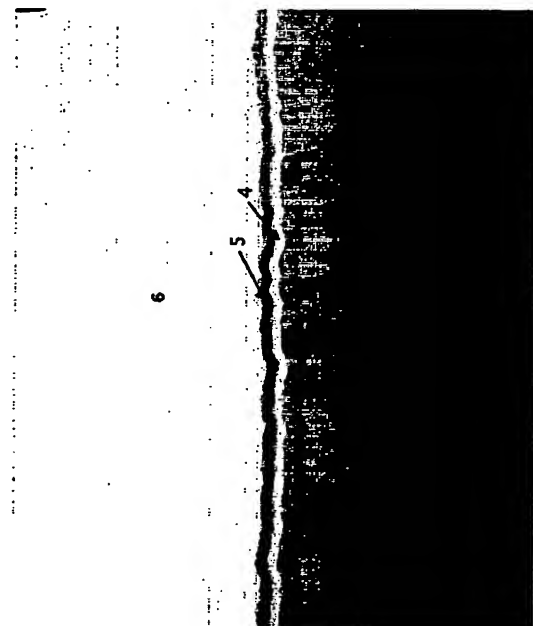
(54) 【発明の名称】 磁気記録媒体の評価方法

(57) 【要約】

【課題】 磁気記録媒体の磁性体層上の硬質保護膜の膜厚等の評価方法を提供する。

【解決手段】 硬質保護膜上に、スパッタまたは蒸着により硬質保護膜と異なる結晶性の膜を設ける。透過電子顕微鏡による観察において、電子線の回折コントラストの差異により、硬質保護膜を識別でき、膜厚測定等が可能になる。

図面代用写真



【特許請求の範囲】

【請求項1】アルミニウムまたはガラス基板上に磁性体膜と有機膜からなる硬質保護膜とを積層した磁気記録媒体の評価方法において、切り出した観察用試料の前記保護膜上に結晶性の皮膜を形成し、観察用試料を薄膜化した後、透過電子顕微鏡で観察を行うことを特徴とする磁気記録媒体の評価方法。

【請求項2】結晶性の皮膜をスパッタ法、または蒸着法により成膜することを特徴とする請求項1記載の磁気記録媒体の評価方法。

【請求項3】結晶性の皮膜として金属膜を形成することを特徴とする請求項1記載の磁気記録媒体の評価方法。

【請求項4】金属膜をスパッタ法、蒸着法、メッキ法のいずれかにより成膜することを特徴とする請求項3記載の磁気記録媒体の評価方法。

【請求項5】結晶性の皮膜の厚さを1nm～100nmの範囲とすることを特徴とする請求項1ないし4のいずれかに記載の磁気記録媒体の評価方法。

【請求項6】アルゴン、ガリウム、キセノン、よう素のいずれかのイオンビームを基板側から照射して観察用試料を薄膜化することを特徴とする請求項1ないし5のいずれかに記載の磁気記録媒体の評価方法。

【請求項7】硬質保護膜上の液体潤滑層上に結晶性の皮膜を設けることを特徴とする請求項1ないし6のいずれかに記載の磁気記録媒体の評価方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、固定磁気記録記憶装置などに用いられる磁気記録媒体の評価方法に関し、特に、透過電子顕微鏡を用いた磁性体層上の保護膜の評価方法に関する。

【0002】

【従来の技術】図3は、コンピュータなどの情報処理装置の外部記憶装置である固定磁気ディスク装置に搭載されている磁気記録媒体の典型的な例の断面図である。磁気記録媒体は、通常アルミニウム（以下Alと記す）基板8（またはガラス基板のものもある）上に、燐化ニッケル（以下NiPと記す）メッキ層1、非磁性の下地金属層2、コバルト（以下Coと記す）系の磁性体層3、炭素系の硬質保護膜4を積層形成し、さらにその上に例えばふっ化炭素系の液体潤滑剤からなる潤滑層7を設けた構造を呈している。非磁性の下地金属層2、磁性体層3、硬質保護膜5は、いずれもスパッタ法により成膜された厚さ数十nm程度の薄膜である。

【0003】近年、磁気記録媒体の高記録密度化が目ざましいが、それには大別して二つの方向がある。一つは磁性体層の高保磁力化であり、もう一つは低ノイズ化とヘッド媒体間の接近を目的とした低浮上化である。磁性体層の高保磁力化の具体的な方法としては、磁性体材料の適正化、下地金属層材料の適正化、各層の膜厚の適正

化が有効であり、低浮上化に関しては、磁性体層上の保護膜等の薄膜化が挙げられる。

【0004】いずれにしろ、磁気記録媒体のこれらの磁性体層や保護膜を評価するには、平面および断面方向からの透過電子顕微鏡（以下TEMと略す）による構造解析が有効である。TEMのための薄膜試料の最も一般的な作製方法として、イオンミリング法が用いられている。イオンミリング法は、不活性ガスイオンによるスパッタリング現象を利用して固体物質を薄膜化する方法である。微量の不活性ガスをアノードとカソードとの間でイオン化して加速してイオンビームとし、真空中にある試料に照射して薄膜化を行う。不活性ガスとしては、例えば、アルゴン（以下Arと記す）を用い、一般的なイオンミリング条件は加速電圧：2～8kV、イオン電流：5～200μA、照射角：2～15度である。

【0005】図4（1）～（6）は、イオンミリング法を用いた磁気記録媒体の観察用試料の薄膜化工程を示した説明図である。

（1）切り出し：観察対象となる試料を所定のサイズ

（例えば、6mm×2mm）に切り出す。

（2）加熱圧着：二つの試料を測定側を向かいあわせにして例えばエポキシ樹脂で張り合わせ、硬化させる。硬化条件は例えば130℃、30分である。

（3）パイプ封入：補強および剥離防止のために円柱状のパイプに挿入し、エポキシ樹脂で埋め込む。硬化条件は例えば130℃、30分である。

（4）切断：低速切断機で300～400μmの厚さに切断する。

（5）研磨：表面を鏡面に仕上げ、裏面をディンプル状（中心30μm以下、外周80μm以下）に研磨する。

（6）イオンミリング：両面からAr等のイオンビームを照射し薄膜化する。この時、スパッタされにくい基板側からビームを照射すると、スパッタされやすい保護膜側がスパッタされ過ぎることがなくて良い。試料を回転させながら、その回転と同期させて変調したイオンビームを照射して、基板側から照射することができる。右側の図の上側の矢印はディンプル側のイオンビームを、下側の矢印は平坦面側のイオンビームを示している。

【0006】図5は、イオンミリング法を用いて薄膜化した磁気記録媒体の観察用試料の構成図である。Al基板8上に、NiPメッキ層1、Crの下地金属層2、Co系の磁性体層3、カーボン系の硬質保護膜4、潤滑層7を積層した試料片が潤滑層7側を向き合わせて配置されており、その間にはエポキシ系樹脂6が挟まれている。

【0007】

【発明が解決しようとする課題】図6は、図5の試料をTEMで撮影した約30万倍のTEM写真である。NiPメッキ層1上の下地金属層2、Co系磁性体層3については、各層の識別が可能であるが、磁性体層3上に

るはずの硬質保護膜および潤滑層は、接着工程で用いたエポキシ樹脂6との回折コントラストの差異がなく、界面を識別することができていない。従って、硬質保護膜および潤滑層の膜厚等の評価はおこなえない。これは、硬質保護膜が非晶質であり、接着に用いたエポキシ樹脂6が同じく非晶質であるためである。

【0008】本発明においては、磁気記録媒体磁性層上の硬質保護膜を試料接着用のエポキシ樹脂等と識別することにより、NiPメッキ層上の各金属層のみに限らず、透過電子顕微鏡を用いて硬質保護膜においても膜厚等の評価が可能になるような評価方法の提供を目的としている。

【0009】

【課題を解決するための手段】上記の課題を解決するために本発明は、アルミニウムまたはガラス基板上に磁性体膜と有機膜からなる硬質保護膜とを積層した磁気記録媒体の評価方法において、切り出した観察用試料の前記保護膜上に結晶性の皮膜を形成し、観察用試料を薄膜化した後、透過電子顕微鏡で観察を行うものとする。

【0010】磁気記録媒体の硬質保護膜上に結晶構造を有する膜を設ければ、TEMを用いて観察したとき、電子線の回折コントラストの差異によりブラッグ反射を起こす結晶構造とブラッグ反射を起こさないアモルファス構造とで、コントラストが異なり、硬質保護膜と同様の非晶質構造であるエポキシ系接着樹脂との識別が可能となる。

【0011】結晶性の皮膜をスパッタ法、または蒸着法により成膜するものとする。スパッタ法、蒸着法のいずれの方法により成膜しても、結晶性の膜であれば上記のようなコントラストが得られる。結晶性の皮膜として金属膜を形成することもできる。金属膜は、スパッタ法、蒸着法、メッキ法のいずれによっても成膜でき、結晶性の膜の形成が容易である。

【0012】結晶性の皮膜の厚さを1nm～100nmの範囲とすることが良い。硬質保護膜上に設ける膜の厚さが、1nmより薄い場合には、TEMでの判別が困難である。一方、100nmより厚い膜を形成すると、張り合わせた試料の接着層の厚さが厚くなってしまい、基板側から照射しているイオンビームが反対側の測定面を削ってしまうために、保護膜を含む各層の薄膜化が困難となるので1nm～100nmの膜厚が適切である。

【0013】アルゴン、ガリウム、キセノン、よう素のいずれかのイオンビームを基板側から照射して薄膜化するものとする。アルゴン、ガリウム、キセノン、よう素のいずれのイオンビームでも、イオンミリングは可能であり、試料に応じて適切なイオンビームを選択すればよい。硬質保護膜上に潤滑層を有するものでも良い。

【0014】硬質保護膜上に潤滑層を有するものでは、それらを判別することはできないが、液体潤滑層を有しない試料と比較することによって、硬質保護膜および潤

滑層のそれぞれを評価することができる。

【0015】

【発明の実施の形態】本発明は、磁気記録媒体の磁性体膜上の硬質保護膜を覆う結晶性の薄膜を設けて、透過電子顕微鏡による観察において硬質保護膜とその膜との界面を明らかにしようとするものである。以下に実施例を掲げ、本発明の実施の形態を説明する。

【0016】〔実施例1〕まず、本発明の方法にかかる磁気記録媒体の評価試料の作製方法を説明する。試料とした磁気記録媒体は図3と同じ構成のものである。すなわち、Al基板8上に、無電解メッキによりNiPめっき層1（厚さ10μm）を形成後、クロム（以下Crと記す）の非磁性下地金属層2（厚さ30nm）、Co₁₇Cr₄Ta₃Pt合金からなる磁性体層3（厚さ15nm）、ダイヤモンドライクアモルファスカーボンからなる硬質保護膜4（厚さ8nm）を順次マグネトロンスパッタ法により積層形成し、更に、硬質保護膜4上にふっ化炭素系の液体潤滑剤を2nm塗布して潤滑層7としている。

【0017】その磁気記録媒体から、図4（1）と同様に、約6mm×2mmの大きさの試料を2枚切り出した。切り出した試料の潤滑層7上に、スパッタ法により白金（以下Ptと記す）膜5を（電流値6mAで）厚さ7nm被覆した。その後は、図4（2）～（6）と同様の工程を経てTEM観察試料を作製した。すなわち、Pt膜5側同士を合わせ、2液型のエポキシ樹脂6で接着・硬化した後、上面に幅2mm高さ1.7mmの窓を打ち抜いた高さ5mm、直径3mmの真鍮パイプに入れ、エポキシ樹脂6で封入し、硬化させた。低速切断機で300μmの厚さに切断し、表面を鏡面に、裏面を中心厚さが25μm以下、外周部厚さが80μm以下となるようにディンプル加工した。更に、イオンエッチング装置で、試料の両面に基板側からArガスイオンのイオンビームを照射し、加速電圧5kV、イオン照射角度4度で粗削りを、加速電圧3kVイオン照射角度を3度で最終研磨をおこなった。スパッタされにくいAl基板8側からビームを照射することにより、スパッタされやすい硬質保護膜4側がスパッタされ過ぎることがないようにした。数10万VクラスのTEMでも電子が透過でき、明瞭に観察できる厚さは100nm程度であるので、観察部分に穴を開けることにより、穴の周囲に100nmもしくはそれ以下の厚さの領域を形成して、明瞭に観察できるようにするのが普通である。

【0018】図2は、イオンミリング法を用いて薄膜化した磁気記録媒体試料の構成図である。Al基板8上に、NiPめっき層1、非磁性下地層2、Co系の磁性体層3、炭素系硬質保護膜4、潤滑層7、Pt膜5を積層した試料片がPt膜5側を向かい合わせて配置されており、その間にはエポキシ系樹脂6が挟まれている。観察したい部位側を向かい合わせて配置するのは、イオン

5

ミリングによって観察に適した薄い部分を多くするためである。

【0019】図1は、図2の試料をTEMで撮影した約30万倍のTEM写真である。向かい合わせて配置した別の磁気記録媒体は写っていない。硬質保護膜4、潤滑層7とその上に設けたPt膜5とは構造が異なるため、電子線のブラッグ反射の有無による回折コントラストの差異が生じている。このため、両者の界面を明瞭に識別することが可能であり、硬質保護膜4と潤滑層7との厚さ測定、被覆状況等の評価が可能となった。この試料では、硬質保護膜4と潤滑層7との厚さは、約10nmであり、均一に磁性体層3を覆っていることがわかる。

【0020】硬質保護膜4と潤滑層7との判別は、この写真だけではできないが、潤滑層7の無い試料を作製し、観察すれば可能である。

【実施例2】図2の硬質保護膜4を、メタンガスを用いたCVD法により析出させたカーボン膜（厚さ3nm）とした磁気記録媒体を作製し、イオンミリングのイオンガスをXeとして観察用試料を調製し、TEM観察をおこなった。

【0021】硬質保護膜とその上に設けたPt膜との界面は、実施例1と同様にコントラストの差異により明瞭に識別でき、保護層の膜厚等評価が可能となっただけでなく、NiPメッキ層上の金属膜の各層が実施例1の場合より一層明瞭に観察された。これは、Xeのイオン半径はArのそれより大きいため、NiP層上の金属膜へのスパッタリングイオンの打ち込みによるダメージが少なかったことによる。

【0022】この場合も、硬質保護膜と潤滑層との判別は、一個の試料の写真だけではできないが、潤滑層の無い試料を作製し、観察すれば可能である。

【実施例3】図2の硬質保護膜4を、窒素を12原子%添加したダイヤモンドライクアモルファスカーボン膜（厚さ8nm）とした磁気記録媒体を作製し、実施例1と同様の薄膜化工程で観察用試料を調製し、TEM観察をおこなった。

【0023】硬質保護膜に添加元素がある場合でも、その上に設けたPt膜との界面はコントラストの差異により明瞭に識別することが可能であり、保護膜の膜厚等の評価が可能となった。

【実施例4】図2の基板8を強化ガラスとした磁気記録媒体を作製し、Pt膜5の代わりに、蒸着でAu膜を10nm被着した観察用試料を調製して、TEM観察をお

6

こなった。硬質保護膜4はダイヤモンドライクアモルファスカーボン膜（厚さ8nm）である。

【0024】硬質保護膜とその上に設けたAu蒸着膜との界面はコントラストの差異により明瞭に識別することが可能であり、保護膜の厚さ等の評価が可能となった。従って、スパッタ膜、蒸着膜のいずれでも良い。或いは、湿式のメッキ法により形成した膜でも良い。また、PtおよびAuの金属膜を形成した実施例のみを挙げたが、必ずしも金属膜である必要はなく、例えば塩化ナトリウムのような化合物結晶でもコントラストの差異は生じる。

【0025】

【発明の効果】以上説明したように本発明によれば、アルミニウムまたはガラス基板上に磁性体膜と有機膜からなる硬質保護膜とを積層した磁気記録媒体の評価方法において、切り出した観察用試料の前記保護膜上に結晶性の皮膜をスパッタ法、蒸着法、メッキ法のいずれかで形成することにより、透過電子顕微鏡を用いた観察で基板上の金属層や磁性体層のみならず磁性体層上の硬質保護膜を識別する事ができ、従来不明であったその膜厚、被覆状況等の評価が可能になった。

【0026】従って本発明は、磁気記録媒体の高記録密度化等の特性向上に大きな貢献をなすものである。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の方法による磁気記録媒体の断面TEM写真

【図2】本発明の方法による磁気記録媒体観察試料の構成図

【図3】磁気記録媒体の断面図

【図4】試料作製方法を示す工程図

【図5】従来の方法による磁気記録媒体観察試料の構成図

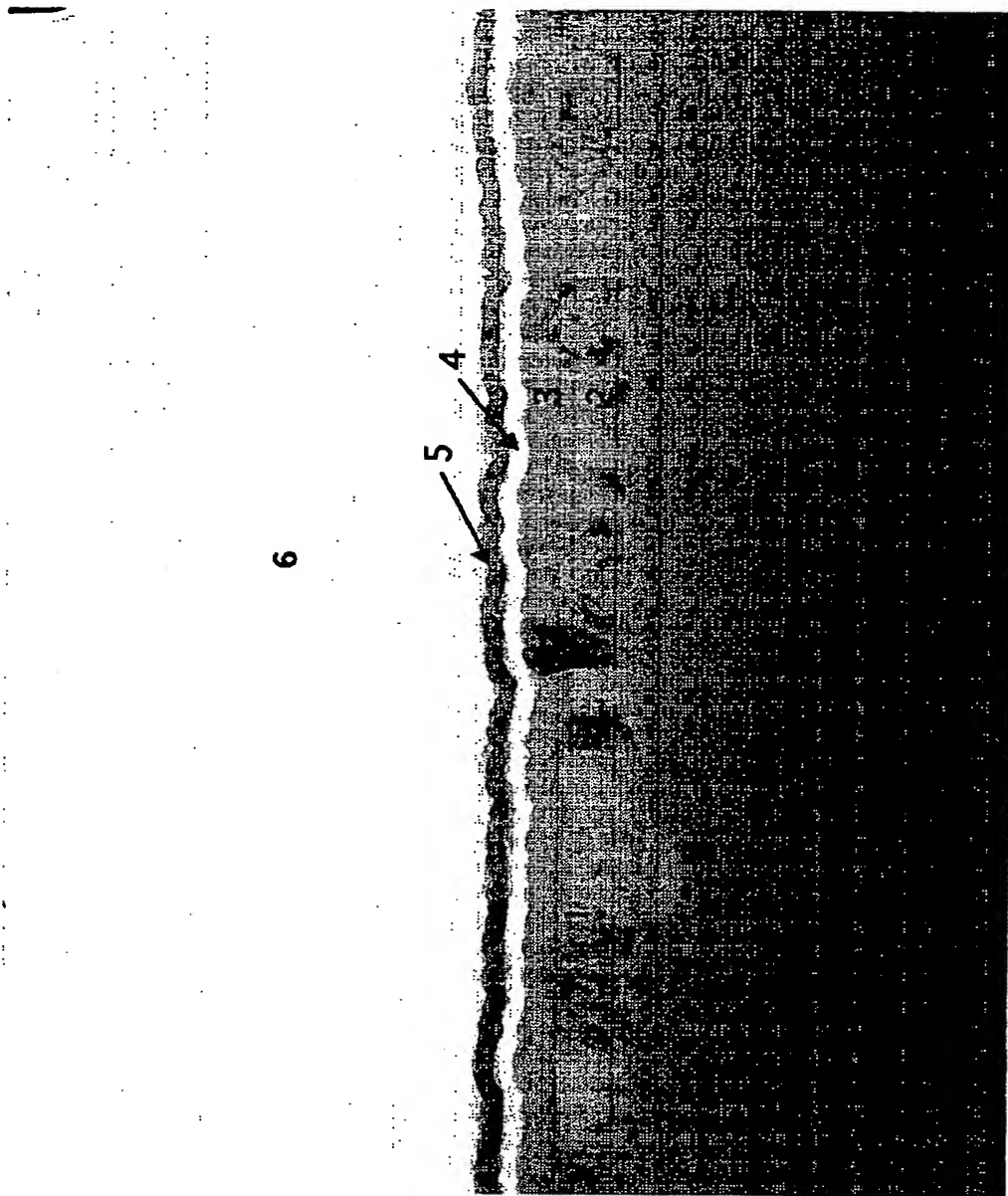
【図6】従来の方法による磁気記録媒体の断面TEM写真

【符号の説明】

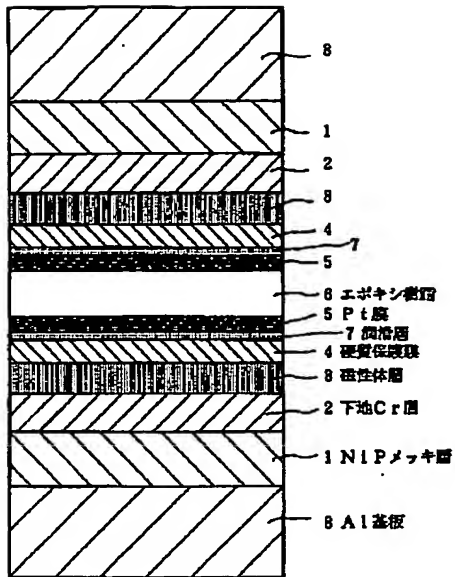
- | | |
|---|---------------|
| 1 | NiPメッキ層 |
| 2 | 下地金属層または下地Cr層 |
| 3 | 磁性体層 |
| 4 | 硬質保護膜 |
| 5 | Pt膜 |
| 6 | エポキシ樹脂 |
| 7 | 潤滑層 |
| 8 | Al基板 |

【図1】

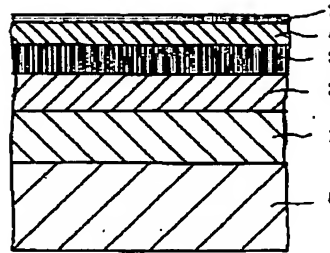
図面代用写真



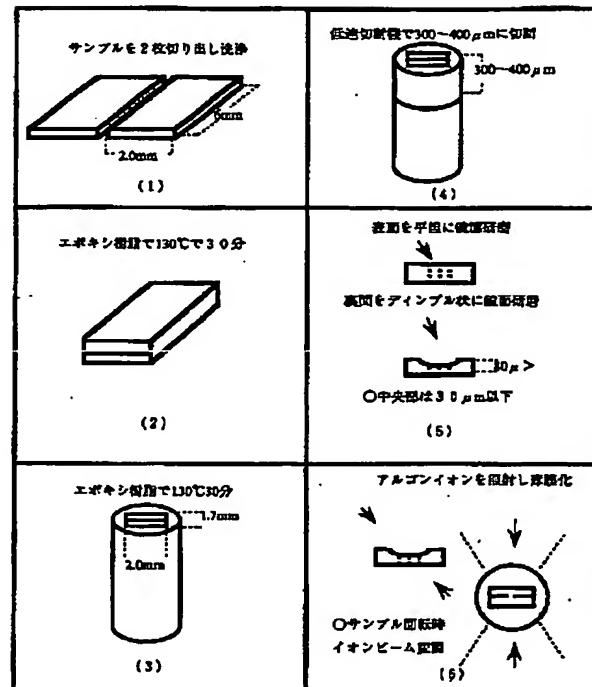
【図2】



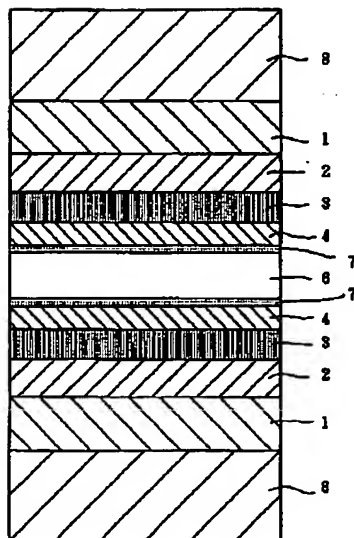
【図3】



【図4】



【図5】



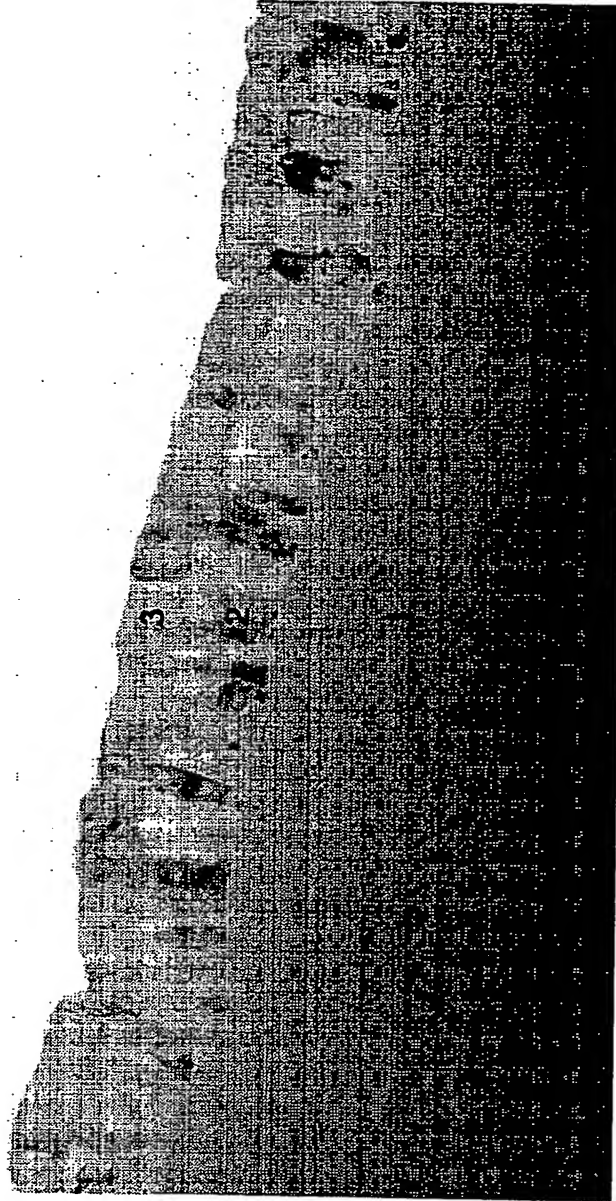
- (1) 切り出し洗浄
- (2) 加熱圧着
- (3) パイプ封入
- (4) 切斷
- (5) 砥磨
- (6) イオンミリング

(7)

【图6】

图面代用写真

6



* NOTICES *

JPO and NCIPi are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. **** shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

CLAIMS

[Claim(s)]

[Claim 1] The evaluation approach of the magnetic-recording medium characterized by observing with a transmission electron microscope after forming a crystalline coat on said protective coat of the sample for observation which started the hard protective coat which consists of magnetic-substance film and organic film on aluminum or a glass substrate in the evaluation approach of the magnetic-recording medium which carried out the laminating and thin-film-izing the sample for observation.

[Claim 2] The evaluation approach of the magnetic-recording medium according to claim 1 characterized by forming a crystalline coat with a spatter or vacuum deposition.

[Claim 3] The evaluation approach of the magnetic-recording medium according to claim 1 characterized by forming a metal membrane as a crystalline coat.

[Claim 4] The evaluation approach of the magnetic-recording medium according to claim 3 characterized by forming a metal membrane with a spatter, vacuum deposition, or plating.

[Claim 5] claim 1 characterized by making thickness of a crystalline coat into the range of 1nm - 100nm thru/or either of 4 -- alike -- the evaluation approach of the magnetic-recording medium a publication.

[Claim 6] The evaluation approach of the magnetic-recording medium according to claim 1 to 5 characterized by irradiating one ion beam of an argon, a gallium, a xenon, and an iodine from a substrate side, and thin-film-izing the sample for observation.

[Claim 7] The evaluation approach of the magnetic-recording medium according to claim 1 to 6 characterized by preparing a crystalline coat on the fluid lubrication layer on a hard protective coat.

[Translation done.]

* NOTICES *

JPO and NCIPi are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. **** shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

DETAILED DESCRIPTION

[Detailed Description of the Invention]

[0001]

[Field of the Invention] This invention relates to the evaluation approach of the protective coat on the magnetic layer using a transmission electron microscope especially about the evaluation approach of the magnetic-recording medium used for fixed magnetic-recording storage etc.

[0002]

[Description of the Prior Art] Drawing 3 is the sectional view of the typical example of the magnetic-recording medium carried in the hard disk equipment which is the external storage of information processors, such as KOMPYUTA. A magnetic-recording medium carries out laminating formation of the phosphorus-ized nickel (it is described as Following NiP) deposit 1, the nonmagnetic substrate metal layer 2, the magnetic layer 3 of a cobalt (it is described as Following Co) system, and the hard protective coat 4 of a carbon system on the aluminum (it is described as Following aluminum) substrate 8 (or there is also a thing of a glass substrate), and is usually presenting the structure which formed further the lubricating layer 7 which consists of a fluid lubrication agent of a carbon fluoride system at a it top. The nonmagnetic substrate metal layer 2, a magnetic layer 3, and the hard protective coat 5 are thin films with a thickness of about 10nm all formed by the spatter.

[0003] In recent years, **** better ** divides [high recording density-ization of a magnetic-recording medium] roughly into it, and there are two directions. one -- a magnetic layer -- high -- coercive force -- it is-izing and another aimed at approach between the reduction in a noise, and a head medium -- low -- **** -- it is-izing. As the concrete approach of a raise in the coercive force of a magnetic layer, rationalization of a magnetic-substance ingredient, rationalization of a substrate metal layer ingredient, and rationalization of the thickness of each class are effective, and thin film-ization of the protective coat on a magnetic layer etc. is mentioned about the reduction in surfacing.

[0004] make it any -- in order to evaluate these magnetic layers and protective coats of a magnetic-recording medium, structural analysis by the transmission electron microscope (it omits Following TEM) a flat surface and from a cross section is effective. The ion milling method is used as the most general production approach of the thin film sample for TEM. The ion milling method is the approach of thin-film-izing solid matter using the sputtering phenomenon by inactive gas ion. The inert gas of a minute amount is ionized between an anode and a cathode, and it accelerates, and considers as an ion beam, the sample under a vacuum is irradiated, and thin film-ization is performed. For example, general ion milling conditions are acceleration voltage:2-8kV and ion current:5-200microA and illuminating-angle:2-15 degree, using an argon (it being described as Following Ar) as inert gas.

[0005] Drawing 4 (1) - (6) is the explanatory view having shown the thin film chemically-modified [of the sample for observation of the magnetic-recording medium which used the ion milling method] degree.

(1) Logging : start the sample used as the candidate for observation in predetermined size (for example, 6mmx2mm).

(2) heating sticking-by-pressure: -- a two samples measurement-side -- facing each other -- carrying out -- for example, an epoxy resin -- lamination -- make it harden Hardening conditions are 130 degrees C and 30 minutes.

(3) Pipe enclosure : insert in a cylinder-like pipe for reinforcement and exfoliation prevention, and embed with an epoxy resin. Hardening conditions are 130 degrees C and 30 minutes.

(4) Cutting : a low-speed cutting machine cuts in thickness of 300-400 micrometers.

(5) Polish : grind a front face to a mirror plane and grind finishing and a rear face in the shape of (30 micrometers or less of cores, 80 micrometers or less of peripheries) a dimple.

(6) Ion milling : from both sides, irradiate ion beams, such as Ar, and thin-film-ize them. If a beam is irradiated from the substrate side by which a spatter cannot be carried out easily at this time, the spatter of the protective coat side which a spatter is easy to be carried out will not be carried out too much. Rotating a sample, the ion beam which was synchronized with the rotation and modulated can be irradiated, and it can irradiate from a substrate side. The arrow head of a right-hand side drawing top shows the ion beam by the side of a dimple, and the lower arrow head shows the ion beam by the side of a flat side.

[0006] Drawing 5 is the block diagram of the sample for observation of the magnetic-recording medium thin-film-ized using the ion milling method. On the aluminum substrate 8, the test piece which carried out the laminating of the NiP deposit 1, the substrate metal layer 2 of Cr, the magnetic layer 3 of Co system, the hard protective coat 4 of a carbon system, and the lubricating layer 7 opposes a lubricating layer 7 side, and is arranged, and epoxy system resin 6 is inserted into between them.

[0007]

[Problem(s) to be Solved by the Invention] Drawing 6 is the about 300,000 times as many TEM photograph which photoed the sample of drawing 5 by TEM as this. Although discernment of each class is possible about the substrate metal layer 2 on the NiP deposit 1, and Co system magnetic layer 3, the hard protective coat and lubricating layer which must be on a magnetic layer 3 do not have the difference in diffraction contrast with the epoxy resin 6 used at the adhesion process, and cannot be identifying the interface. Therefore, evaluation of the thickness of a hard protective coat and a lubricating layer etc. cannot be performed. This is because a hard protective coat is amorphous, and the epoxy resin 6 used for adhesion is the same and amorphous.

[0008] In this invention, it aims at offer of the evaluation approach that evaluation of thickness etc. is attained also in a hard protective coat using each metal layer on a NiP deposit, and a transmission electron microscope, by discriminating the hard protective coat on a magnetic-recording medium magnetic layer from the epoxy resin for sample adhesion etc.

[0009]

[Means for Solving the Problem] In order to solve the above-mentioned technical problem, after this invention's forming a crystalline coat on said protective coat of the sample for observation which started the hard protective coat which consists of magnetic-substance film and organic film on aluminum or a glass substrate in the evaluation approach of the magnetic-recording medium which carried out the laminating and thin-film-izing the sample for observation, it shall observe with a transmission electron microscope.

[0010] When preparing the film which has the crystal structure on the hard protective coat of a magnetic-recording medium and it observes using TEM, with the crystal structure which starts Bragg reflection according to the difference in the diffraction contrast of an electron ray, and the amorphous structure where Bragg reflection is not started, contrast differs and it becomes discriminable from the epoxy system adhesion resin which is the same amorphous structure as a hard protective coat.

[0011] A crystalline coat shall be formed with a spatter or vacuum deposition. Even if it forms membranes by which approach of a spatter and vacuum deposition, the above contrast will be acquired if it is the crystalline film. A metal membrane can also be formed as a crystalline coat. A metal membrane can be formed with both a spatter vacuum deposition and plating, and formation of the crystalline film is easy for it.

[0012] It is good to make thickness of a crystalline coat into the range of 1nm - 100nm. When the thickness of the film prepared on a hard protective coat is thinner than 1nm, distinction by TEM is difficult. Since the thickness of the glue line of a sample made to rival becomes thick, and thin film-ization of each class containing a protective coat will become difficult on the other hand in order that the ion beam currently irradiated from the substrate side may delete the measuring plane of the

opposite side if the film thicker than 100nm is formed, 1nm - 100nm thickness is suitable.

[0013] From a substrate side, one ion beam of an argon, a gallium, a xenon, and an iodine shall be irradiated, and shall be thin-film-ized. Any ion beam of an argon, a gallium, a xenon, and an iodine is possible for ion milling, and should just choose a suitable ion beam according to a sample. It may have a lubricating layer on a hard protective coat.

[0014] What has a lubricating layer on a hard protective coat can estimate each of a hard protective coat and a lubricating layer by comparing with the sample which does not have a fluid lubrication layer, although they cannot be distinguished.

[0015]

[Embodiment of the Invention] This invention tends to prepare the thin film of wrap crystallinity for the hard protective coat on the magnetic-substance film of a magnetic-recording medium, and tends to clarify the interface of a hard protective coat and its film in observation by the transmission electron microscope. An example is hung up over below and the gestalt of operation of this invention is explained.

[0016] [Example 1] The production approach of the evaluation sample of the magnetic-recording medium concerning the approach of this invention is explained first. The magnetic-recording medium made into the sample is the thing of the same configuration as drawing 3. On the aluminum substrate 8, by electroless deposition Namely, after forming the NiP plating layer 1 (10 micrometers in thickness), The nonmagnetic substrate metal layer 2 (30nm in thickness) of chromium (it is described as Following Cr), The magnetic layer 3 (15nm in thickness) which consists of a Co₁₇Cr₄Ta₃ Pt alloy, Laminating formation of the hard protective coat 4 (8nm in thickness) which consists of diamond-like amorphous carbon is carried out by the magnetron sputtering method one by one, and further, 2nm of fluid lubrication agents of a carbon fluoride system is applied on the hard protective coat 4, and it is considering as the lubricating layer 7.

[0017] From the magnetic-recording medium, two samples of abbreviation 6mmx2mm magnitude were started like drawing 4 (1). On the lubricating layer 7 of the started sample, the spatter covered the platinum (it is described as Following Pt) film 5 7nm in thickness (by current value of 6mA). After that, the TEM observation sample was produced through the same process as drawing 4 (2) - (6). That is, after doubling the Pt film 5 sides and pasting up and hardening with the 2 liquid type epoxy resin 6, it put into the brass pipe with a height [of 5mm], and a diameter of 3mm which pierced the with a width-of-face height [1.7mm height of 2mm] aperture on the top face, and was made to enclose and harden with an epoxy resin 6. The low-speed cutting machine cut in thickness of 300 micrometers, and dimple processing of the front face was carried out in the mirror plane so that 25 micrometers or less and periphery section thickness might be set to 80 micrometers or less by main thickness in a rear face. Furthermore, the ion beam of Ar gas ion was irradiated from the substrate side to both sides of a sample with ion etching equipment, the acceleration voltage ion irradiation include angle of 3kV was performed for rough shaving at the acceleration voltage of 5kV, and four ion irradiation include angles, and the last polish was performed at 3 times. The spatter of the hard protective coat 4 side which a spatter is easy to be carried out was made not to be carried out by irradiating a beam from the aluminum substrate 8 side by which a spatter cannot be carried out easily too much. By TEM of number 100,000V classes also being able to penetrate an electron, and making a hole in an observation part, since clearly observable thickness is about 100nm, the field of the thickness not more than 100nm or it is formed in the perimeter of a hole, and, usually it enables it to observe clearly.

[0018] Drawing 2 is the block diagram of the magnetic-recording medium sample thin-film-ized using the ion milling method. On the aluminum substrate 8, the test piece which carried out the laminating of the NiP plating layer 1, the nonmagnetic substrate layer 2, the magnetic layer 3 of Co system, the carbon system hard protective coat 4, a lubricating layer 7, and the Pt film 5 opposes the Pt film 5 side, and is arranged, and epoxy system resin 6 is inserted into between them. A part [to observe] side is opposed and it arranges for making [many] the thin part which was suitable for observation with ion milling.

[0019] Drawing 1 is the about 300,000 times as many TEM photograph which photoed the sample of drawing 2 by TEM as this. Another magnetic-recording medium which was opposed and has been arranged is not reflected. Since structures differ, the difference in the diffraction contrast by the

existence of the Bragg reflection of an electron ray has produced the hard protective coat 4, and a lubricating layer 7 and the Pt film 5 prepared on it. For this reason, it is possible to identify both interface clearly and evaluation of the thickness measurement of the hard protective coat 4 and a lubricating layer 7, a covering situation, etc. was attained. By this sample, the thickness of the hard protective coat 4 and a lubricating layer 7 is about 10nm, and it turns out that the magnetic layer 3 is covered to homogeneity.

[0020] Although this photograph alone will not enable you it, the distinction with the hard protective coat 4 and a lubricating layer 7 is possible if a sample without a lubricating layer 7 is produced and observed.

The magnetic-recording medium used as the carbon film (3nm in thickness) which deposited the hard protective coat 4 of [example 2] drawing 2 with the CVD method using methane was produced, the sample for observation was prepared by having set the ion gas of ion milling to Xe, and TEM observation was performed.

[0021] The interface of a hard protective coat and Pt film prepared on it could be clearly identified according to the difference in contrast as well as an example 1, and was observed still more clearly than the case evaluations, such as thickness of a protective layer, were not only attained, but where each class of the metal membrane on a NiP deposit is an example 1. Since the ionic radius of Xe is larger than that of Ar, the damage by placing of the sputtering ion to the metal membrane on a NiP layer depends this on it having been few.

[0022] Although distinction with a hard protective coat and a lubricating layer cannot be performed only with the photograph of the sample of a piece in this case, it is possible if a sample without a lubricating layer is produced and observed.

The magnetic-recording medium which used the hard protective coat 4 of [example 3] drawing 2 as the diamond-like amorphous carbon film (8nm in thickness) which did 12 atom % addition of nitrogen was produced, the sample for observation was prepared to the thin film chemically-modified [the / as an example 1 / same] degree, and TEM observation was performed.

[0023] Even when an alloying element was in a hard protective coat, the interface with Pt film prepared on it can be clearly identified according to the difference in contrast, and the evaluation of the thickness of a protective coat etc. of it was attained.

The magnetic-recording medium which used the substrate 8 of [example 4] drawing 2 as tempered glass was produced, the sample for observation which put 10nm of Au film by vacuum evaporation was prepared instead of the Pt film 5, and TEM observation was performed. The hard protective coat 4 is diamond-like amorphous carbon film (8nm in thickness).

[0024] The interface of a hard protective coat and Au vacuum evaporation film prepared on it can be clearly identified according to the difference in contrast, and the evaluation of the thickness of a protective coat etc. of it was attained. Therefore, any of the spatter film and the vacuum evaporation film are sufficient. Or the film formed with wet plating is sufficient. Moreover, although only the example in which the metal membrane of Pt and Au was formed was given, it is not necessary to be necessarily a metal membrane for example, and the difference in contrast also produces a compound crystal like a sodium chloride.

[0025]

[Effect of the Invention] In the evaluation approach of the magnetic-recording medium which carried out the laminating of the hard protective coat which consists of magnetic-substance film and organic film on aluminum or a glass substrate according to this invention as explained above A crystalline coat with a spatter, vacuum deposition, or plating on said protective coat of the started sample for observation by formation ***** Not only the metal layer and magnetic layer on a substrate but the hard protective coat on a magnetic layer could be identified by the observation using a transmission electron microscope, and evaluation of the conventionally unknown thickness, a covering situation, etc. was attained.

[0026] Therefore, this invention makes a big contribution to the improvement in a property of a raise in the recording density of a magnetic-recording medium etc.

[Translation done.]

* NOTICES *

JPO and NCIPi are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. **** shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

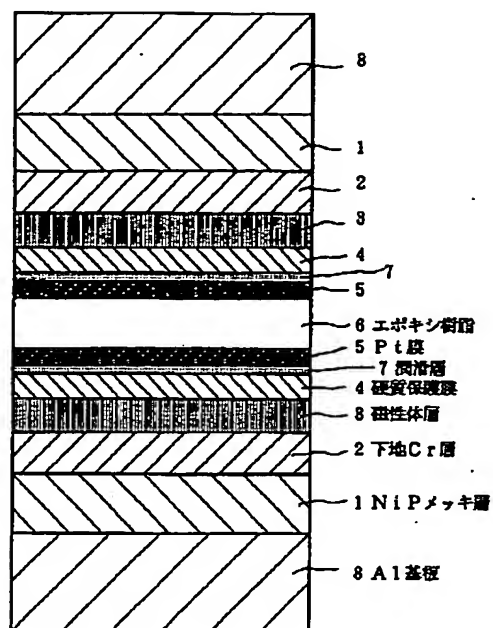
DRAWINGS

[Drawing 1]

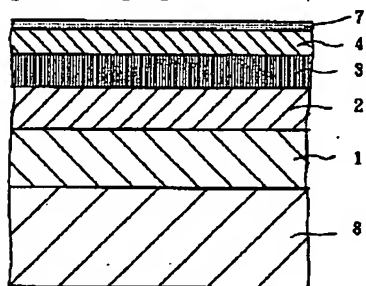
図面代用写真



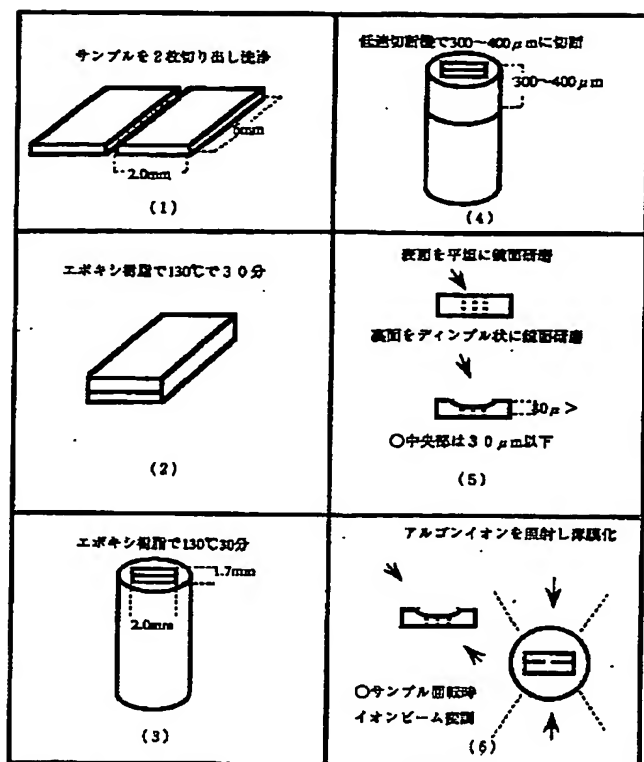
[Drawing 2]



[Drawing 3]

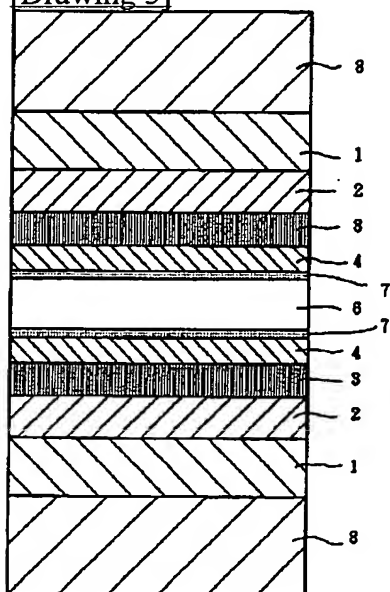


[Drawing 4]



- (1) 切り出し洗浄
(2) 加熱圧着
(3) パイプ封入
(4) 切断
(5) 研磨
(6) イオンミリング

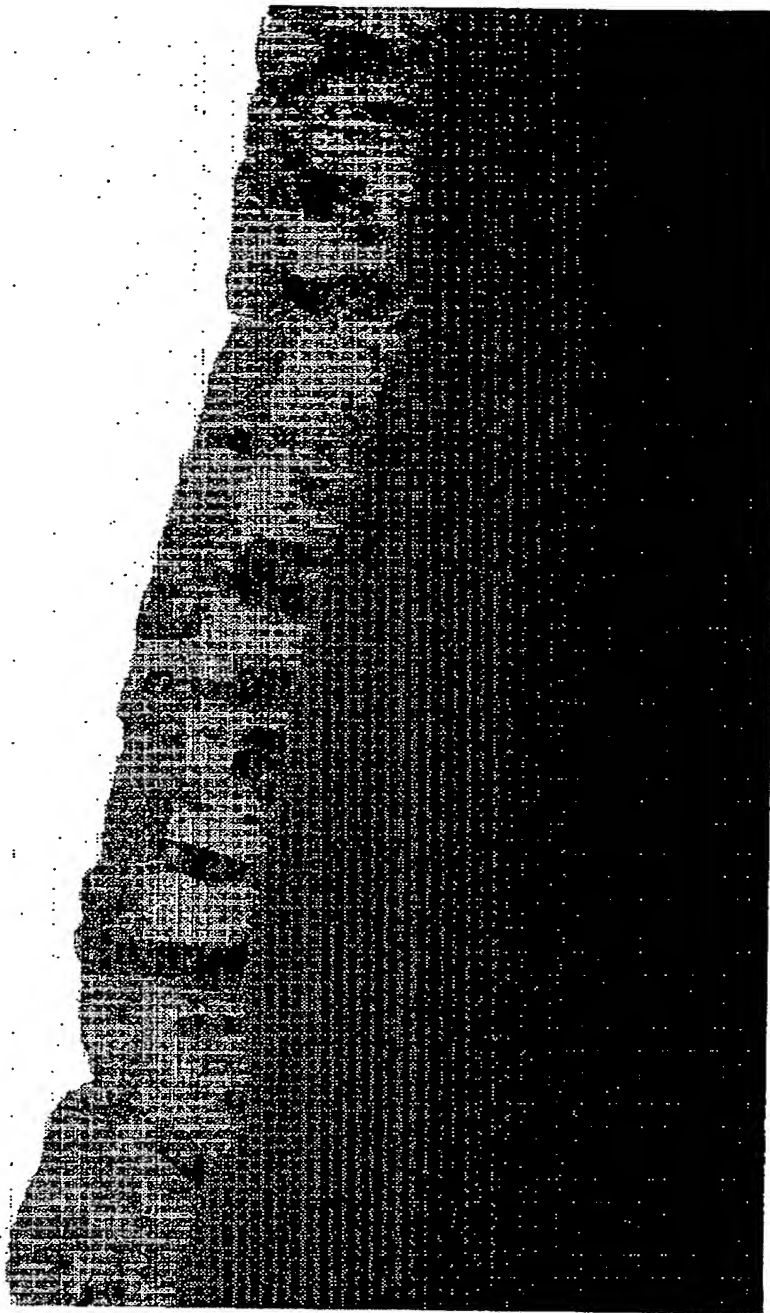
[Drawing 5]



[Drawing 6]

図面代用写真

6



[Translation done.]

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ BLACK BORDERS
- ☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☐ FADED TEXT OR DRAWING
- ☒ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☐ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.